

(19)

Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 0 830 894 A1

(12)

## EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:  
25.03.1998 Patentblatt 1998/13

(51) Int. Cl.<sup>6</sup>: B01J 19/26, B01F 5/06,  
B01J 19/18

(21) Anmeldenummer: 97115513.0

(22) Anmeldetag: 08.09.1997

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
AT BE CH DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU MC  
NL PT SE

(30) Priorität: 20.09.1996 DE 19638567

(71) Anmelder: BAYER AG  
51368 Leverkusen (DE)

(72) Erfinder:

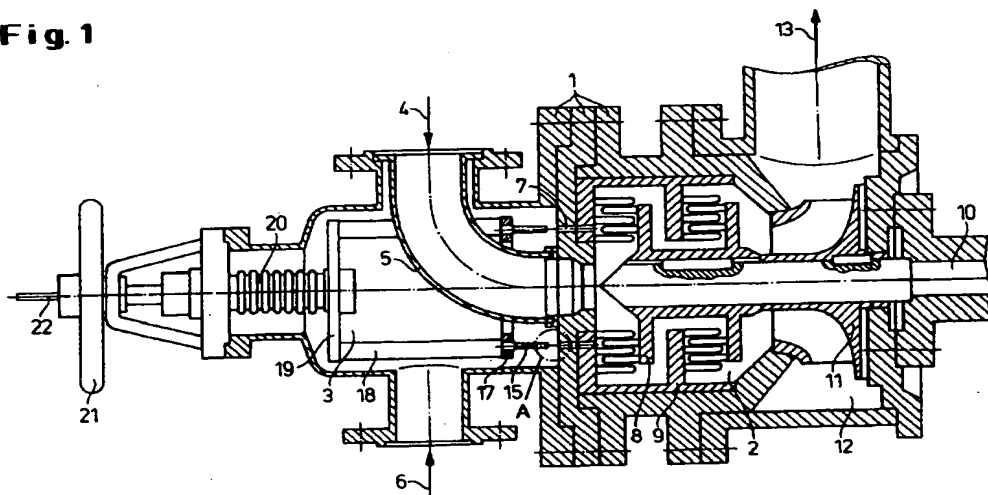
- Gallus, Manfred, Dr.  
47802 Krefeld (DE)
- Müller, Harald, Dr.  
41539 Dormagen (DE)
- Weber, Bernd  
47800 Krefeld (DE)

(54) **Mischer-Reaktor und Verfahren zur Durchführung von Reaktionen, insbesondere die Phosgenierung von primären Aminen**

(57) Mischer-Reaktor zur Vermischung und Durchführung bzw. Einleitung einer Reaktion von mindestens zwei fließfähigen Stoffen, bestehend aus einem im wesentlichen rotationssymmetrischen Gehäuse (1) enthaltend eine Mischkammer (2) mit getrennten Einlässen (4,6) für die mindestens zwei Stoffe und einem Auslaß (13), wobei der Einlaß (4) für den mindestens ersten Stoff in der Achse der Mischkammer (2) vorgesehen ist

und der Einlaß (6) für den mindestens zweiten Stoff in Form einer Vielzahl von rotationssymmetrisch zur Achse der Mischkammer (2) angeordneten Düsen (7) ausgebildet ist, dadurch gekennzeichnet, daß jeder Düse (7) ein in Richtung der Düsenachse verschiebbarer Bolzen (15) zugeordnet ist.

**Fig. 1**



EP 0 830 894 A1

## Beschreibung

Die Erfindung betrifft einen Mischer-Reaktor zur Vermischung und Durchführung bzw. Einleitung einer Reaktion von mindestens zwei fließfähigen Stoffen, insbesondere zur Herstellung von Mono- oder Polyisocyanaten durch Umsetzung der den Mono- oder Polyisocyanaten entsprechenden Mono- oder Polyamine mit in organischem Lösungsmittel gelöstem Phosgen.

Es ist bekannt, solche schnell einsetzenden Reaktionen in einem Mischer-Reaktor durchzuführen, der aus einem im wesentlichen rotationssymmetrischen Gehäuse besteht, wobei das Gehäuse eine im wesentlichen rotationssymmetrische Mischkammer mit getrennten Einlässen für die mindestens zwei Stoffe und einen Auslaß aufweist, wobei der Einlaß für den mindestens ersten Stoff in der Achse der Mischkammer vorgesehen ist und der Einlaß für den mindestens zweiten Stoff in Form einer Vielzahl von rotationssymmetrisch zur Mischkammerachse angeordneten Düsen ausgebildet ist; siehe z.B. US-A 4 851 571, US-A 4 915 509 und US-A 5 117 048.

Die Qualität von in derartigen Apparaten hergestellten Produkten hängt sehr stark von der Güte und Geschwindigkeit der Vermischung der mindestens zwei fließfähigen Stoffe ab. Dabei spielt insbesondere die Eindüsung gleichmäßiger Masseströme durch jede der Düsen in die Mischkammer eine entscheidende Rolle.

Nachteilig an den bekannten Mischer-Reaktoren ist, daß es innerhalb der Düsen im Laufe der Zeit zu Anbackungen bis hin zu Verstopfungen kommt, so daß die Eindüsung gleicher Massenströme durch alle Düsen gestört wird. Zumindest an den zweiten Stoff sind daher hohe Anforderungen bezüglich Freiheit an Feststoffen bzw. reagierbaren Fremdstoffen zu stellen. Ein erhöhtes Verstopfungsrisiko tritt insbesondere dann auf, wenn der zweite Stoff in einem Lösungs- bzw. Suspendiermedium gelöst oder suspendiert wird, das Lösungs- bzw. Suspendiermedium von dem Produkt abgetrennt und wieder verwendet wird. Zur Reduktion der Anbackungs- und Verstopfungsneigung ist es erforderlich, einen hohen Reinigungsaufwand für das wieder zu verwendende Lösungs- bzw. Suspendiermedium zu treiben. Durch Nebenreaktionen mit dem ersten Stoff können ferner Anbackungen auf der Mischer-Eingangsseite der Düsen auftreten. Im Falle auftretender Anbackungen und/oder Verstopfungen muß der kontinuierliche Prozeß unterbrochen werden, der Mischer-Reaktor auseinandergebaut und gereinigt werden. Dies bedingt erhebliche Stillstandszeiten. Bei Einsatz gefährlicher Stoffe, wie im Falle von Phosgen, sind bei der Demontage des Mischer-Reaktors aufwendige arbeitshygienische Maßnahmen erforderlich, wie intensives Spülen des Reaktors vor der Demontage, Schutzkleidung, Absaugen der Atmosphäre, Atemschutzgerät, usw.

Gegenstand der Erfindung ist ein Mischer-Reaktor zur Vermischung und Durchführung bzw. Einleitung

einer Reaktion von mindestens zwei fließfähigen Stoffen, der aus einem im wesentlichen rotationssymmetrischen Gehäuse besteht, das eine Mischkammer mit getrennten Einlässen für die mindestens zwei Stoffe mit einem Auslaß enthält, wobei der Einlaß für den mindestens ersten Stoff in der Achse der Mischkammer vorgesehen ist und der Einlaß für den mindestens zweiten Stoff in Form einer Vielzahl von rotationssymmetrisch zur Achse der Mischkammer angeordneten Düsen ausgebildet ist, mit dem Kennzeichen, daß jeder Düse ein in Richtung der Düsenachse verschiebbarer Bolzen zugeordnet ist.

Die Bolzen sind vorzugsweise innerhalb einer der Mischkammer vorgeordneten Verteilkammer, in die der mindestens zweite Stoff eingeleitet wird und innerhalb der dieser auf die Vielzahl von Düsen verteilt wird, angeordnet.

Im Falle von sich ausbildenden Anbackungen und/oder Verstopfungen der Düsen, was durch einen Druckanstieg in der Zuleitung für den mindestens zweiten Stoff feststellbar ist, werden die Düsen durch axiale Verschiebung der Bolzen durchstoßen und Anbackungen bzw. Verstopfungen entfernt.

Durch den erfindungsgemäßen Mischer-Reaktor werden demgemäß die Produktionsausfallzeiten für die Reinigung der Düsen auf wenige Sekunden reduziert.

Üblicherweise sind die Düsen in Form von konzentrisch um die Mischkammerachse angeordneten Durchgangsbohrungen durch die Trennwand zwischen Verteilkammer und Mischkammer ausgebildet. Die Anzahl der Düsen kann 6 bis 32 betragen. Der Durchmesser der Düsen beträgt typischerweise zwischen 1 und 10 mm. Die Längsausdehnung und der minimal mögliche Hub der Bolzen übersteigt die Längsausdehnung der Düsenbohrungen.

Während des Betriebes des erfindungsgemäßen Mischer-Reaktors gibt der Bolzen den Düseneingang frei. Vorzugsweise hat die Stirnfläche des Bolzens während des Betriebes einen solchen Abstand vom Eingang der Düse, daß die Eintrittsströmung des fließfähigen Stoffes in die Düse gedrosselt wird. Die dadurch erzeugte Turbulenz reduziert das Risiko der Ausbildung von Anbackungen in der Düse.

Nach einer weiter bevorzugten Ausführungsform der Erfindung kann das stirnseitige Ende des Bolzens so gestaltet sein, daß eine rotierende Einlaufströmung erzeugt wird.

Die Mischkammer kann in Form eines Venturi-Rohres ausgebildet sein, wobei die Düsen zur Einleitung des mindestens zweiten Stoffes im wesentlichen radial an der engsten Stelle des Venturi-Rohres in die Mischkammer einmünden. Eine solche Mischkammer ist in US-A 5 117 048 offenbart.

Nach einer anderen Ausführungsform der Erfindung ist die Mischkammer in Form eines Kreiselmischers mit Rotor- und Statormischelementen ausgebildet. Derartige Mischer-Reaktoren sind beispielsweise aus US-A 4 915 509 und GB-A 2 169 814

bekannt. Dabei kann auf der Rotorachse im Anschluß an die eigentliche Mischkammer ein Laufrad vorgesehen sein, das die Abförderung des vermischten und gegebenenfalls reagierten Stromes unterstützt.

Im Falle eines Kreiselmischers sind die Düsen vorzugsweise auf der Stirnfläche des Mischers parallel zur Mischerachse angeordnet. In diesem Fall sind die Bolzen vorzugsweise auf einem gemeinsamen Tragring befestigt, der über eine durch das Gehäuse der Verteilkammer hindurchgeführte Achse verschiebbar ist. Die Durchführung durch die Achse ist vorzugsweise gasdicht gekapselt, beispielsweise durch einen verschweißten Faltenbalg.

Insbesondere geeignet ist der erfindungsgemäße Mischer-Reaktor als Vorphosgenierungsreaktor zur Herstellung von Isocyanaten. Dabei wird als mindestens erster Stoff in einem organischen Lösungsmittel gelöstes Phosgen und als mindestens zweiter Stoff gegebenenfalls in einem Lösungsmittel gelöstes primäres Amin eingesetzt. Hinsichtlich der Einsatzstoffe und Reaktionsbedingungen im einzelnen wird vollinhaltlich auf die US-A 4 851 571, US-A 5 117 048 sowie WO 96/16 028 Bezug genommen. Dabei kann als Lösungsmittel für das Phosgen auch Isocyanat eingesetzt werden (WO 96/16 028).

Die Erfindung wird nachfolgend anhand der beigeigten Figuren näher erläutert:

Fig. 1 zeigt einen erfindungsgemäßen Mischer-Reaktor, wobei die Mischfunktion durch einen Kreiselmischer dargestellt ist.

Fig. 2, 3 und 4 zeigen vergrößerte und alternative Darstellungen des Details A aus Fig. 1.

Fig. 5 zeigt einen erfindungsgemäßen Mischer-Reaktor, wobei die Mischfunktion durch ein Venturi-Rohr dargestellt ist.

Der als axialer Schnitt dargestellte Mischer-Reaktor gemäß Fig. besteht aus einem Gehäuse 1, das eine Mischkammer 2 und eine Verteilkammer 3 aufweist. Der mindestens erste Stoffstrom 4 wird über ein in die Verteilkammerwand seitlich eintretendes gebogenes Rohr 5 axial in die Mischkammer 2 eingeleitet. Der mindestens zweite Stoffstrom 6 wird in die Verteilkammer 3 eingeleitet und gelangt über eine Vielzahl zur Achse des Mischer-Reaktors konzentrische parallele Düsenbohrungen 7 in die Mischkammer 2. Die Mischkammer 2 enthält über eine Achse 10 angetriebene Rotorelemente 8 und mit dem Gehäuse verbundene Statorelemente 9. Ferner ist ein Laufrad 11 vorgesehen, das die Mischung über den Ringkanal 12 in das Auslaßrohr 13 fördert. Erfindungsgemäß sind jeder Düse 7 zugeordnete Bolzen 15 vorgesehen, die auf einem Tragring 17

befestigt sind. Der Tragring 17 ist über Distanzstücke 18 mit einer Platte 19 verbunden, die über eine Achse 22 mittels Handrad in axialer Richtung verschiebbar ist. Die Durchführung der Achse 22 durch die Verteilkammerwand ist mittels Faltenbalg 20 gasdicht gekapselt.

Fig. 2 zeigt eine vergrößerte Darstellung des Details A aus Fig. 1, wobei der Abstand der Stirnseite des Bolzens 15 vom Einlaß in die Düse 7 so gewählt ist, daß eine Drosselung der Einlaufströmung, die durch Pfeile 23 angedeutet ist, erfolgt.

Fig. 3 zeigt eine alternativ vergrößerte Darstellung des Details A aus Fig. 1, wobei die Stirnseite des Bolzens 15 derart gestaltet ist, daß eine rotierende Einlaufströmung erzeugt wird.

Fig. 3a zeigt eine Ansicht gegen die Stirnseite des Bolzens 15.

Fig. 4 zeigt einen Bolzen 15 mit einem den Querschnitt der Einlaufströmung in die Düse 7 verengenden Vorsatz 24.

Fig. 5 zeigt den axialen Schnitt durch einen erfindungsgemäßen Mischer-Reaktor, wobei die Mischkammer 2 als Venturi-Rohr ausgebildet ist. Die Verteilkammer 3 ist konzentrisch um die Mischkammer 2 angeordnet. Die Düsen 7 münden radial in die Mischkammer 2. Entsprechend sind die Bolzen 15 einzeln über Faltenbalgabdichtungen 20 radial verschiebbar. Im übrigen sind der Darstellung in Fig. 1 entsprechende Elemente durch gleiche Bezugszeichen bezeichnet.

#### Patentansprüche

1. Mischer-Reaktor zur Vermischung und Durchführung bzw. Einleitung einer Reaktion von mindestens zwei fließfähigen Stoffen, bestehend aus einem im wesentlichen rotationssymmetrischen Gehäuse, enthaltend eine Mischkammer mit getrennten Einlässen für die mindestens zwei Stoffe und einem Auslaß, wobei der Einlaß für den mindestens ersten Stoff in der Achse der Mischkammer vorgesehen ist und der Einlaß für den mindestens zweiten Stoff in Form einer Vielzahl von rotationssymmetrisch zur Achse der Mischkammer angeordneten Düsen ausgebildet ist, dadurch gekennzeichnet, daß jeder Düse ein in Richtung der Düsenachse verschiebbarer Bolzen zugeordnet ist.
2. Mischer-Reaktor nach Anspruch 1, wobei das Gehäuse eine der Mischkammer vorgeordnete Verteilkammer mit einem Einlaß für den mindestens zweiten Stoff aufweist und die Bolzen aus der Verteilkammer in die Düsen einführbar sind.
3. Mischer-Reaktor nach Anspruch 1 oder 2, wobei die Mischkammer in Form eines Venturi-Rohres ausgebildet ist und die Düsen zur Einleitung des mindestens zweiten Stoffes im wesentlichen radial an der engsten Stelle des Venturi-Rohres in die

Mischkammer einmünden.

4. Mischer-Reaktor nach Anspruch 1 oder 2, wobei die Mischkammer in Form eines Kreismischers mit Rotor- und Statormischelementen ausgebildet ist. 5
5. Mischer-Reaktor nach Anspruch 4, wobei die Düsen achsenparallel in die Mischkammer einmünden und die Bolzen an einem in der Verteilkammer angeordneten Tragrings befestigt sind, so daß sie gemeinsam parallel zur Mischkammerachse verschiebbar sind. 10
6. Mischer-Reaktor nach Anspruch 4 oder 5, wobei die Mischkammer vor dem Auslaß ein Laufrad aufweist. 15
7. Verfahren zur Durchführung von Reaktionen mindestens zweier fließfähiger Stoffe, dadurch gekennzeichnet, daß zumindest als erste Reaktionsstufe ein Mischer-Reaktor nach einem der Ansprüche 1 bis 6 eingesetzt wird und periodisch oder im Falle eines Druckanstieges in der Zufuhrleitung für den zweiten Stoff die Düsen mittels der Bolzen durchstoßen werden. 20 25
8. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß zumindest der zweite Stoff mittels eines Lösungs- oder Suspensionsmediums zugeführt wird, wobei das Lösungs- oder Suspensionsmedium nach Abtrennung des Reaktionsproduktes recycelt wird. 30
9. Verfahren nach Anspruch 7 oder 8, dadurch gekennzeichnet, daß als erster Stoff in einem Lösungsmittel gelöstes Phosgen und als zweiter Stoff ein primäres Amin eingesetzt wird. 35

40

45

50

55

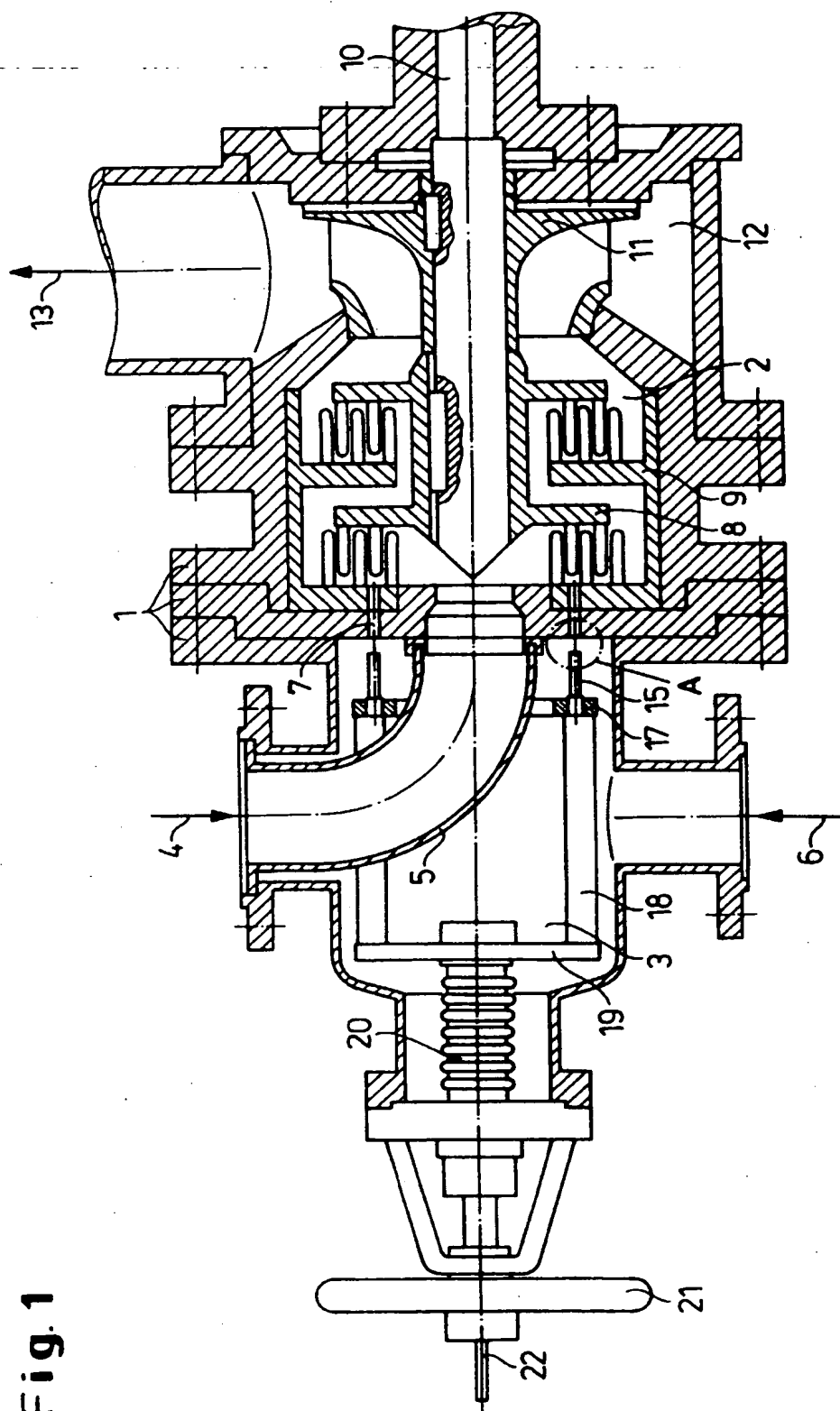


Fig. 1

Fig.3a B-B



Fig.2

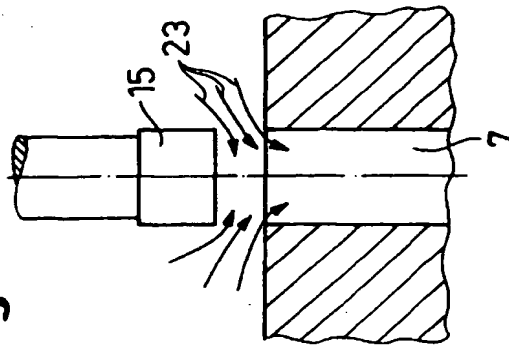


Fig.3

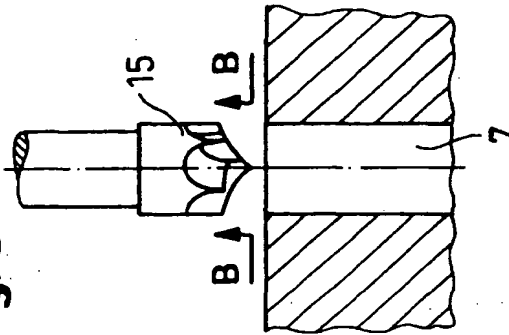
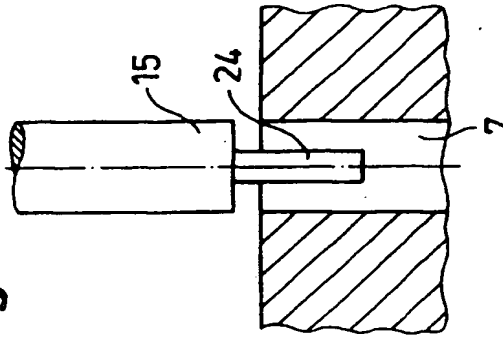
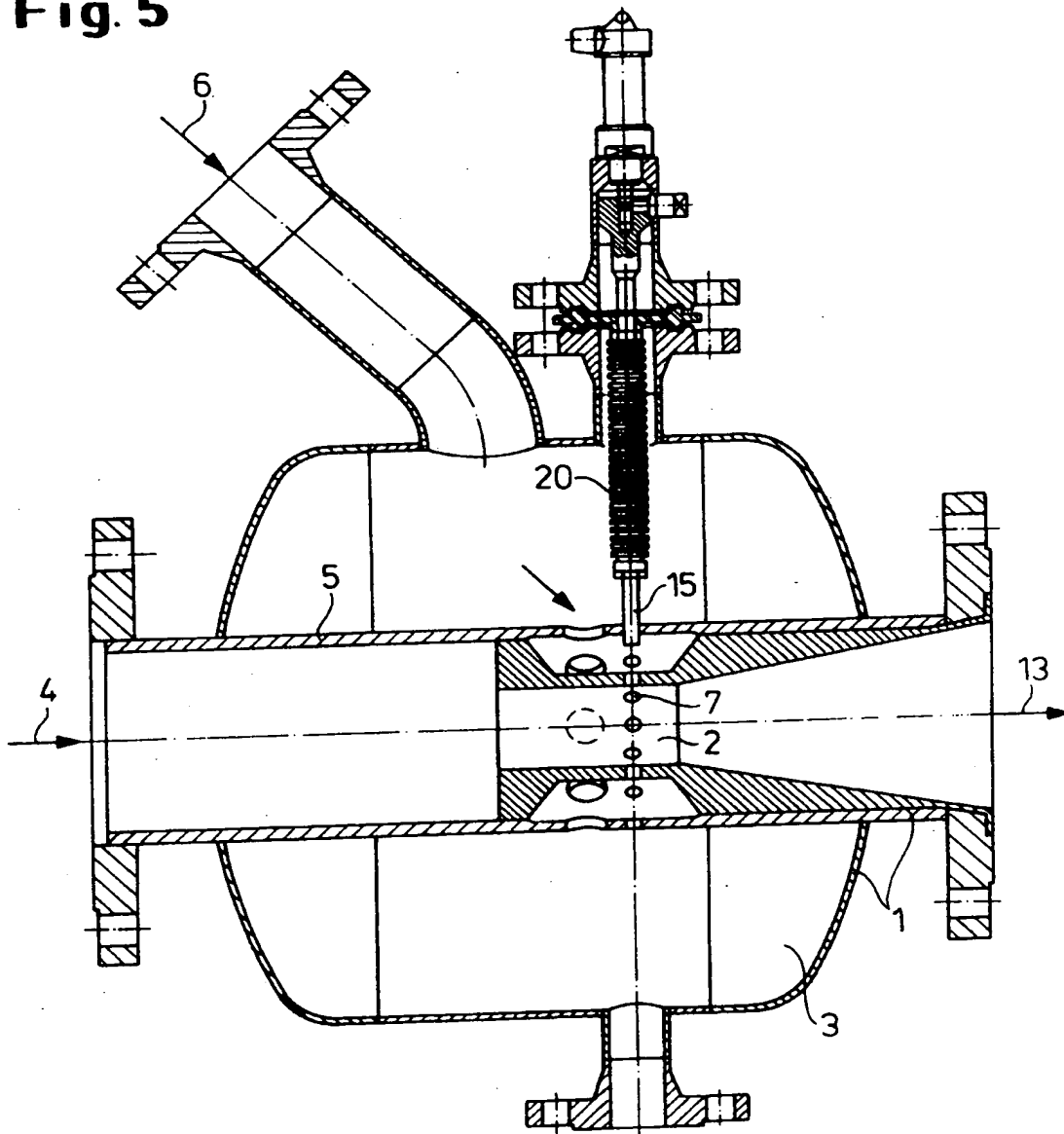


Fig.4



**Fig. 5**





Europäisches  
Patentamt

# EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung  
EP 97 11 5513

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl.6)
D,A	US 4 851 571 A (SAUER HEINZ ET AL) * das ganze Dokument *	1,2,4, 6-9	B01J19/26 B01F5/06 B01J19/18
D,A	US 4 915 509 A (SAUER HEINZ ET AL) * das ganze Dokument *	1,2,4, 6-8	
D,A	US 5 117 048 A (ZABY GOTTFRIED ET AL) * das ganze Dokument *	1-3,7-9	
A	US 2 389 486 A (JOHN M COLONY; MARGARETH WILCOX COLONY) * das ganze Dokument *	1,2	
A	GB 1 013 888 A (RAY FOWLER) * Seite 3, Zeile 28 - Zeile 40; Abbildungen 2,4 * * Seite 3, Zeile 119 - Seite 4, Zeile 2 *	1,2	
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int.Cl.6)
			B01J B01F
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort <b>DEN HAAG</b>		Abschlußdatum der Recherche <b>8. Januar 1998</b>	Prüfer <b>Lapeyrere, J</b>
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE		T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	
X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : nichtschriftliche Offenbarung P : Zwischenliteratur			

EPO FORM 1503 03.82 (P04C03)